

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 2001-198449
(43) Date of publication of application : 24. 07. 2001

(51) Int. Cl. B01J 3/00
B01J 23/46
C02F 1/74
C02F 11/06

(21) Application number : 2000-152768 (71) Applicant : KOMATSU LTD
KURITA WATER IND LTD
GENERAL ATOMICS INC
(22) Date of filing : 19.05.2000 (72) Inventor : HAZLEBECK DAVID A
DAVID W OODOWEI
HATAKE YASUHIKO
HORI KENZO
NAKAYAMA SATORU

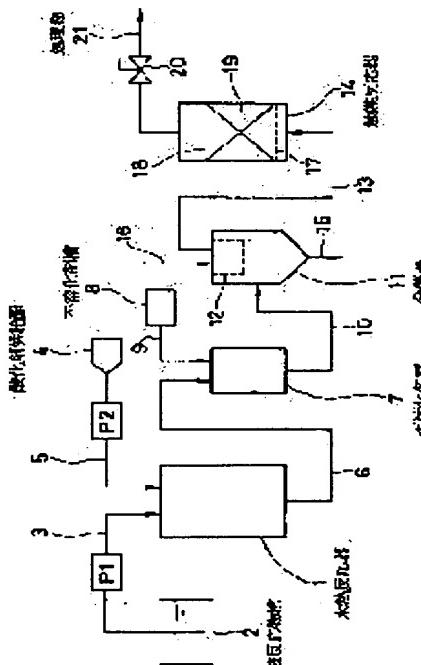
(30) Priority

(54) METHOD AND DEVICE FOR HYDROTHERMAL REACTION

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method and a device for a hydrothermal reaction, capable of efficiently separating inhibitors of a catalyst and efficiently decomposing nitrogen compounds at high temperatures.

SOLUTION: A material 2 to be reacted containing nitrogen compounds and an oxidizing agent 4 are supplied to a hydrothermal reactor 1 to carry out a hydrothermal reaction in a critical or subcritical state, thereby decomposing the nitrogen compounds. The reaction products are introduced into an insolubilizing apparatus 7 to insolubilize the inhibitors of the catalyst. The insolubilized inhibitors are separated by a separator 11, and then, the reaction products are introduced into a catalytic reactor 14 to decompose ammonia and/or N₂O contained in the reaction products, thereby obtaining a processed product 21.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]
[Date of sending the examiner's

BEST AVAILABLE COPY

[decision of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for
application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) ; 1998, 2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-198449

(P2001-198449A)

(43) 公開日 平成13年7月24日 (2001.7.24)

(51) Int.Cl.
 B 01 J 3/00
 23/46 3 1 1
 C 02 P 1/74 1 0 1
 11/06

F I
 B 01 J 3/00 A 4D050
 23/46 3 1 1 M 4D059
 C 02 F 1/74 1 0 1 4G069
 11/06 A

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全8頁)

(21) 出願番号 特願2000-152768(P2000-152768)
 (22) 出願日 平成12年5月19日 (2000.5.19)
 (31) 優先権主張番号 60/176803
 (32) 優先日 平成12年1月19日 (2000.1.19)
 (33) 優先権主張国 米国 (U.S.)

(71) 出願人 000001236
 株式会社小松製作所
 京都市港区赤坂二丁目3番6号
 (72) 出願人 000001063
 栗田工業株式会社
 京都市新宿区西新宿3丁目4番7号
 (74) 代理人 100087839
 弁理士 郁原 成

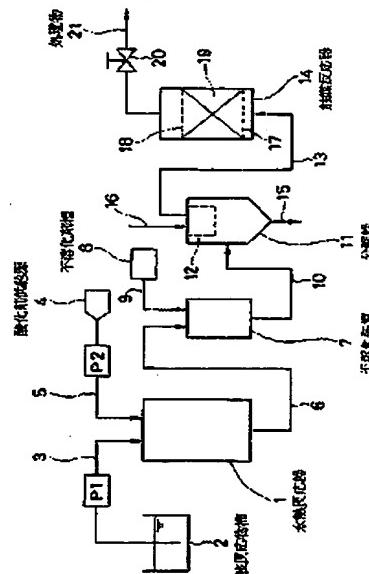
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水熱反応方法および装置

(57) 【要約】

【課題】 触媒の阻害物質を効率よく分離して、高溫で効率よく塗素化合物を分解することができる水熱反応方法および装置を提案する。

【解決手段】 水熱反応器1に塗素化合物を含む酸反応物2と酸化剤4を供給して、臨界または亜臨界状態で水熱反応を行い、塗素化合物を分解し、反応物を不溶化装置7に導入して触媒の阻害物質を不溶化し、不溶化した阻害物質を分離器11で分離したのち、反応物を触媒反応器14に導入して反応物に含まれるアンモニアおよび/またはN₂Oを分解して処理物2'を得る。



(2)

특허 2001-198449

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 室素化合物を含有する後反応物を水の超臨界または亜臨界状態で水熱反応を行う水熱反応工程と、反応物から触媒の阻害物質を臨界温度以上において不活性化した状態で分離する阻害物質分離工程と、阻害物質を分離した反応物を触媒と接触させてアンモニアおよび／またはN₂Oを分解する触媒反応工程とを含む水熱反応方法。

【請求項2】 反応物中の阻害物質を不活性化させる不活性化工程を阻害物質分離工程以前に含む請求項1の方法。

【請求項3】 室素化合物を含有する後反応物を水の超臨界または亜臨界状態で水熱反応を行う水熱反応器と、反応物から触媒の阻害物質を臨界温度以上において不活性化した状態で分離する阻害物質分離器と、

阻害物質を分離した反応物を触媒と接触させてアンモニアおよび／またはN₂Oを分解する触媒反応器とを含む水熱反応装置。

【請求項4】 反応物から阻害物質を不活性化させる不活性化装置を含む請求項3の装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、廃棄物分解、エネルギー生成または化学物質製造を行うための水熱反応方法および装置、特に室素化合物を含有する後反応物につき水の超臨界または亜臨界状態下で水熱反応を行うのに好適な水熱反応方法および装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 水熱反応は水の超臨界または亜臨界状態で、後反応物を酸化反応や加水分解反応させて廃棄物を分解したり、エネルギーを生成したり、化学物質を製造したりする方法である。このうち特に有機物を含む後反応物と酸化剤を水の超臨界または亜臨界状態で反応させることにより酸化反応を生じさせ、後反応物中の有機物を短時間ではば完全に分解する水熱反応が注目されている。

【0003】 水熱反応により後反応物中の有機物を酸化分解する場合、後反応物、酸化剤および水を加圧、加热し反応器へ供給して反応させる。この場合、後反応物に予め適性の水を含む場合は、水を供給する必要はない。反応の結果有機物は酸化分解され、水と二酸化炭素からなる高溫高圧の液体と、乾燥またはスラリー状態の灰分や塩類等の固体を含む反応生成物が得られる。反応生成物は例えば冷却後に減圧され、液分とガス分に分離される。その際固体はフィルタ等により減圧弁の前で分離されたり、または減圧後に分離される。また、高温高圧状態において固体状で存在する塩類は、冷却した段階で液相の水に溶解するため、固体として分離する機会は必要ない場合がある。

【0004】 このような水熱反応で酸化分解する際、後反応物中に室素化合物、特にアンモニア性室素または有

2

機性室素が含まれる場合、その分解過程で生成するアンモニアの反応速度が低いので、このアンモニアを高効率で分解して窒素までに転換するためには、酸化分解温度を高温にし、また反応時間を長くする必要がある。これを実現するには反応器の材質としてより耐熱性の高い材料を用い、また反応器の大型化を図る必要があり、システムの大型化、高価格化を招く。また、アンモニアの分解反応の副産物として亜酸化窒素N₂Oが生成する。一般に反応温度を高くしていくとN₂Oは減少する傾向にあるが、一般的な水熱反応条件下でこれを高効率に減少させるのは困難である。なお、N₂Oは排出基準は設けられていないが、温暖化係数が高いガスであるため、その排出量を低減することが望ましい。従って、アンモニアの分解率を高め、なれども副産物N₂Oの分解率も高めることは困難とされていた。

【0005】 従来このような室素化合物を含む後反応物を水熱条件下で酸化分解させる方法として、アンモニアの分解率を高めるために触媒を用いる方法が提案されている (e.g. Z. Yi, Dina, E. F. Glynna Texas Uni v.). これは例えばMnO₂/CeO₂を触媒として用いることにより410°C~470°C、27 MPaの条件下触媒が無い条件下では殆ど分解しないNH₃を、触媒を通して約40%分解することを確認している。このように、水熱反応に触媒を組合せることにより低温で、および／または小型の反応器で室素化合物を含む後反応物を酸化分解する事は可能であるが、後反応物に触媒を劣化させる物質が存在し、あるいは反応過程で劣化物質が生成する場合は、触媒能力を低減させて実際の使用は困難である。

【0006】 特開平11-156379号には、アンモニア分解の副産物であるN₂Oを触媒分解するために、反応生成物を冷却したのち、気液分離し、そのガス分を再加熱して触媒分解する方法が提案されている。これは気液分離することにより、触媒の阻害物質である水、SO_x等を液相に、またN₂Oをガス相に分離して触媒分解能力の劣化を防いでいる。しかしながらこの方法では、気液分離後のガスを再加熱する必要があり、再加熱用のエネルギーもしくは、再加熱機構（熱交換器を含む）が必要となり、システムが高価、複雑になる欠点を有していた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の課題は、小型の装置を使用して、比較的低温かつ短時間に室素化合物を含有する後反応物を水熱反応により分解し、触媒の阻害物質を効率よく分離して、高温で効率よく室素化合物を分解し、アンモニアおよび／またはN₂Oを含まない処理物を効率よく得ることができる水熱反応方法および装置を提案することである。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明は次の水熱反応方

(3)

특허 2001-198449

3

法および装置である。

(1) 室素化合物を含有する被反応物を水の超臨界または亞臨界状態で水熱反応を行う水熱反応工程と、反応物から触媒の阻害物質を臨界温度以上において不溶化した状態で分離する阻害物質分離工程と、阻害物質を分離した反応物を触媒と接触させてアンモニアおよび/またはN₂Oを分解する触媒反応工程とを含む水熱反応方法。

(2) 反応物中の阻害物質を不溶化させる不溶化工程を阻害物質分離工程以前に含む上記(1)の方針。

(3) 室素化合物を含有する被反応物を水の超臨界または亞臨界状態で水熱反応を行う水熱反応器と、反応物から触媒の阻害物質を臨界温度以上において不溶化した状態で分離する阻害物質分離器と、阻害物質を分離した反応物を触媒と接触させてアンモニアおよび/またはN₂Oを分解する触媒反応器とを含む水熱反応装置。

(4) 反応物から阻害物質を不溶化させる不溶化装置を含む上記(3)の装置。

【0009】本発明において水熱反応とは、超臨界または亞臨界状態の高温高圧の水の存在下に被反応物を酸化反応等させることを意味する。ここで超臨界状態とは374°C以上、22MPa以上の状態である。また亞臨界状態とは例えば374°C以上、2.5MPa以上22MPa未満あるいは374°C以下、22MPa以上の状態。あるいは374°C以下、22MPa未満であっても臨界点に近い高温高圧状態をいうが、374°C以上、2.5MPa以上22MPa未満の状態が好ましい。

【0010】被反応物は水の超臨界または亞臨界状態で酸化反応、加水分解反応等の水熱反応の対象となる物質であって、室素化合物、特にアンモニア性窒素、有機性窒素等の水熱反応によりアンモニアを生成する室素化合物を含むものである。具体的な被反応物としては、電子部品工場等から排出される排液や、有機性排水処理工程で生成する余剰汚泥などがあげられる。このような被反応物は酸化剤と混合した状態で反応器に導入され、水熱反応を受ける。酸化剤としては、過酸化水素等の過酸化物、空気等の酸素含有ガスなどがあげられる。

【0011】被反応物が有機物と酸化剤を含む場合、これらは別々にあるいは混合して反応器に供給して水熱反応が行われる。このような水熱反応系は被反応物のはかに水が存在し、さらに必要により触媒や中和剤等が添加される場合があるが、これらも被反応物と混合して、あるいは別々に反応器に供給することができる。酸化剤としては空気等の酸素含有ガスを使用可能である。

【0012】本発明で用いられる水熱反応器は超臨界または亞臨界状態で水熱反応を行うように、耐熱、耐圧容器で形成される。反応熱により超臨界または亞臨界状態に達しない場合には外部に加熱手段を設けることができる。このような水熱反応器により超臨界または亞臨界状態で水熱反応を行うと、通常被反応物の有機物は酸化剤によって酸化されて最終的に水と二酸化炭素に分解さ

4

れ、あるいは加水分解により低分子化する。

【0013】本発明では室素化合物を含む被反応物について水熱反応を行うと、室素化合物は分解してアンモニアが生成する。生成するアンモニアの大部分は水熱反応により酸化されて窒素ガスに転換されるが、アンモニアの酸化反応の副産物としてN₂Oが生成する。こうして反応物中にアンモニアおよび/またはN₂Oが残留する場合がある。

【0014】水熱反応器には被反応物供給路、酸化剤供給路、反応物取出路が設けられる。超臨界または亞臨界状態で水熱反応を行う水熱反応器に被反応物および酸化剤を供給するためには、被反応物供給路および酸化剤供給路はそれぞれ高圧の供給ポンプを有するよう構成する。被反応物と酸化剤が混合されている場合には、共用の供給路を用いることができる。

【0015】本発明では反応物中に残留するアンモニアおよび/またはN₂Oを触媒反応器において酸化し分解するが、その触媒反応工程は反応物を積極的に冷却することなく（ただし後続工程における自然冷却は許容される）、水熱反応の熱を利用して反応を行う。ところが反応器から出る反応物をそのまま触媒層に導入して触媒反応を行うと、次第に触媒活性が低下する。その原因を調べたところ、反応物に含まれる触媒の阻害物質が触媒の表面に吸着され、または析出して活性を低下させることができた。

【0016】このような阻害物質としては食塩、硫酸ナトリウム、リン酸ナトリウム等の塩、アルミナ、シリカ等の固形物、水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム等のアルカリ、塩化水素、フッ化水素等の酸などがあげられる。これらは触媒として作用するものほか、触媒表面を被覆することにより活性を低下させるものなどがある。このような阻害物質は被反応物中に元々含まれていたもの、ならびに水熱反応により生成するものも含まれる。これらは反応物中に不溶化物として分散しているものほか、反応物中に溶解しているものでも触媒層と接触することによりそのまま吸着され、あるいは不溶化物として析出するものなどがある。

【0017】臨界温度以上の水の中では、大部分の塩等の固形物は溶解せず、不溶化した状態で存在する。このため本発明ではこのような阻害物質を臨界温度以上すなわち374°C以上において不溶化した状態で阻害物質分離器により分離した後、反応物を触媒反応器に導入してアンモニアを酸化分解する。この阻害物質分離工程に先立って、反応物中の阻害物質を不溶化させる不溶化工程を行うのが好ましい。

【0018】不溶化工程は、反応物中に存在している阻害物質を不溶化して分離を容易にするためのものであり、アルカリや酸の場合中和により不溶化することができる。塩の場合臨界温度以上では固体または溶融塩として不溶化状態で存在し、液体状の反応物から分離可

(4)

特開2001-198449

5

能な状態にある。不溶化装置としては中和剤等の不溶化剤の添加手段、および必要により複合混合手段を有する反応槽が使用できる。

【0019】阻害物質分離器は、上記により不溶化した阻害物質、あるいは元々不溶化状態で存在する阻害物質を臨界温度以上で反応物から分離するように構成される。分離手段としては遠心、重力分離、遠心分離等の通常の固液分離または気泡分離で採用される分離手段がそのまま採用できる。不溶化と同時に分離を行ってもよく、凝聚、結晶成長等の分離促進手段を併用してもよい。また阻害物質分離器はゼオライト等の吸着剤を用い、気体または液体状の阻害物質を吸着により分離するようにしてもよい。

【0020】触媒反応器は阻害物質を除去した反応物を導入して触媒層と接触させ、アンモニアおよび/またはN₂Oを酸化分解するように構成される。アンモニアを酸化するための酸化触媒としては、例えばCuO/AI₂O₃、Rh/ZnO、Rh/TiO₂、MnO₂/CeO₂等があげられる。N₂O分解触媒としてはCuO/AI₂O₃等があげられる。これらの触媒は1種單独で、または複数種を組合せて使用することができる。またこれらの触媒成分を必要により担持材に担持させて、粒状に成形し、触媒層を形成することができる。粒状物の形状は球形、円筒形、不定形など任意である。

【0021】触媒反応は、水熱反応の反応物を実質的に冷却することなく処理することにより水熱反応の温度に近い温度で反応を行うことができる。

【0022】本発明の水熱反応方法および装置では、水熱反応器において、窒素化合物を含有する被反応物を水の超臨界または亞臨界状態で水熱反応を行い、阻害物質分離において反応物から触媒の阻害物質を臨界温度以上において不溶化した状態で分離し、阻害物質を分離した反応物を触媒反応において、触媒と接触させてアンモニアおよび/またはN₂Oを分解することにより、反応物に含まれるアンモニアおよび/またはN₂Oを分解する。

【0023】臨界温度以上では塩は不溶化物として存在するので、反応物からの分離は容易であり、分離後も水熱反応の温度を維持することができる。不溶化工程を含む場合は、不溶化装置において反応物から阻害物質を不溶化することにより阻害物質の分離を容易にすることができる。

【0024】このようにして阻害物質を除去した反応物を触媒と接触させることにより、水熱反応の熱を利用して残留するアンモニアおよび/またはN₂Oを効率よく酸化分解することができる。反応物を一旦冷却すると、アンモニアおよび/またはN₂Oの分解は困難であり、また反応物をそのまま、触媒層と接触させると触媒活性が低下するが、阻害物質を除去して酸化を行うことにより、触媒の性能低下なしに反応を行うことができる。このほか反応物を気液分離することなくそのまま酸化を行

5

うため、水熱反応のために添加された酸化剤をそのままアンモニアの酸化に利用することができる。

【0025】アンモニアを分解した処理物は冷却、減圧して気液分離により、ガス分と液分に分離される。上記の反応によりN₂Oその他の不純物が生成または残留する場合には、これらの処理をさらに行うことができる。このほか通常の水熱反応に採用される後処理は同様に行うことができる。

【0026】

10 【発明の効果】本発明によれば、小型の装置を使用し、比較的低温かつ短時間に窒素化合物を含有する被反応物を水熱反応により分離し、生成するアンモニアおよび/またはN₂Oを効率よく除去することができる。この場合触媒の阻害物質を臨界温度以上において不溶化した状態で分離するため、簡単な装置で効率よく分離し、触媒の活性低下を防止することができる。そして阻害物質を分離した後反応物を触媒酸化することにより、触媒活性を低下させることなく、水熱反応の熱および酸化剤を利用して効率よくアンモニアおよび/またはN₂Oを分解して、アンモニアおよび/またはN₂Oを含まない処理物を得ることができる。

【0027】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施形態を図面により説明する。図1は実施形態の水熱反応装置を示すフロー図である。

【0028】図1において、1は水熱反応器であって、耐熱、耐圧性材料により中空状に形成され、被反応物槽2からポンプP1を有する被反応物供給路3が、また酸化剤供給源4からポンプP2を有する酸化剤供給路5が30 上部に連絡している。水熱反応器1の下部から反応物取出路6が不溶化装置7に連絡している。不溶化装置7は空の容器からなり、不溶化剤槽8から不溶化剤供給路9が連絡している。不溶化装置7から移送路10が分離器11に連絡している。

【0029】分離器11は内部にフィルタ12を有し、上部の出口側から移送路13が触媒反応器14の下部に連絡している。フィルタ12としてはステンレス鋼、ハステロイ、インコネ、ルチタン等の焼結金属やポーラスセラミックスなどの孔径0.1~10μm程度の多孔質材が使用できる。分離器11の下部には不溶化物排出路15が連絡し、上部には洗浄流体供給路16が連絡している。触媒反応器14には支持床17、18間に酸化剤を充填した触媒層19が形成され、上部から調圧弁20を有する処理物取出路21が系外へ連絡している。

【0030】上記の装置による水熱反応方法は、水熱反応器1に被反応物槽2から被反応物供給路3を通してポンプP1により被反応物を供給し、同時に酸化剤供給源4から酸化剤供給路5を通してポンプP2により空気等の酸化剤を供給し、超臨界または亞臨界状態で水熱反応を行い、被反応物に含まれる有機物その他の被酸化性物

(5)

特開2001-198449

7

質を酸化分解する。このとき被反応物中に含まれるアンモニア性窒素または有機性窒素成分が分解してアンモニアを生成するが、このアンモニアの大部分は酸化分解されて窒素に転換する。アンモニアの酸化反応の副産物としてN₂Oが生成し、反応物中にはアンモニアおよび/またはN₂Oが残留する場合がある。

【0031】水熱反応器1の反応物はそのまま反応物取出路6を通して不溶化装置7に導入する。水熱反応の反応物中に含まれる触媒の阻害物質が不溶化して分離可能になっている場合には不溶化装置7を省略することができるが、不溶化していない場合にはここで不溶化する。不溶化装置7は反応物と不溶化剤とが混合できるように空の容器が用いられているが、攪拌機を設けてもよい。

【0032】不溶化処理は、不溶化剤槽8から不溶化剤供給路9を通して不溶化剤を供給し、反応物と混合して阻害物質を不溶化する。例えば阻害物質が酸、アルカリの場合には、不溶化剤としてアルカリまたは酸を注入して中和することにより不溶化することができる。アルカリ、酸のような不溶化剤は0.1~10重量%程度の水溶液として添加するのが好ましい。

【0033】こうして阻害物質を不溶化した反応物は移送路10から分離器11に導入してフィルタ12により不溶化物を臨界温度以上において過分離し、分離した不溶化物は不溶化物排出路15から排出する。ここで分離を促進するための凝集等の操作を行ってもよい。不溶化物を分離した反応物は移送路13から触媒反応器14に送る。フィルタ12が目詰まりしたときは洗浄流体供給路16から洗浄流体を導入してフィルタ12の逆洗を行い、目詰まりの原因物質を剥離させ、不溶化物排出路15から排出する。

【0034】触媒反応器14では反応物を触媒層19に通過させることにより、アンモニアおよび/またはN₂Oを分解する。このときアンモニアの酸化に必要な酸素は反応物中に残留する空気等の酸化剤をそのまま利用することができる。触媒反応器14に導入される反応物は水熱反応器1の反応物を横断的に冷却することなく、水熱反応の熱を利用して触媒反応を行うため、分解が困難なアンモニアおよび/またはN₂Oを効率的に分解することができる。

【0035】反応物中にアンモニアとN₂Oとが含まれる場合も、同一の触媒反応器で分解することができるが、別の触媒を別の反応器に充填してそれを分解してもよい。触媒反応によりアンモニアおよび/またはN₂Oを分解した処理物は処理物取出路21から取り出し、調圧弁20を通して減圧し、冷却後気液分離によりガス分と液分に分離される。

【0036】上記の説明において、不溶化装置7は必ずしもなくてもよく、また設ける場合でも阻害物質と不溶化剤との反応形態により、構造等は変更することができる。例えば反応速度が速い場合には、水熱反応器1、反

8

応物取出路6、移送路10または分離器11に直接不溶化剤を注入して不溶化反応を行うようにしてもよく、場合によっては該反応物槽2に注入してもよい。また分離器11は過分離形式のものを示したが、重力分離、遠心分離など他の形式でもよく、またこれらを複合したものでもよい。いずれの場合も一般に使用されている分離装置がそのまま使用できる。触媒反応器14も触媒の種類によって構造を変化させることができ、下向流式、横流式でもよい。

【0037】図2は他の実施形態の分離器を示す断面図である。この実施形態では中空状の容器からなる分離器11の上部に複数のフィルタ12a、12bが設けられていて、それぞれの内側上部に弁22a、22bを有する洗浄流体供給路16a、16bが連絡している。移送路13はフィルタ12a、12bの両方の上部に連絡している。23は不溶化物排出路15に設けられたシャッタである。

【0038】上記の分離器では図1のようにフィルタ12が1個の場合と同様にフィルタ12a、12bの両方を使用し不溶化物の過分離が行われるが、フィルタ12a、12bが目詰まりしたときは弁22a、22bのどちらか一方を開いて一方の洗浄流体供給路16a、16bから洗浄流体を送って一方のフィルタ12a、12bを洗浄する。これにより反応物の流れを止めることなく洗浄を行うことができる。剥離した不溶化物はシャッタ23を開いて不溶化物排出路15から排出する。

【0039】図3は別の実施形態の分離器を示す断面図である。この実施形態では分離器11は中空の容器からなり、中間部に移送路10が連絡し、上部に移送路13が連絡して重力分離により不溶化物を分離するように構成されている。移送路10は接液方向に連絡してもよく、また半径方向に連絡してもよい。後者の場合その先端部にサイクロン24を設けることができる。25は不溶化物排出路15に設けられたシャッタ23を閉じるクランプである。

【0040】上記の分離器11による不溶化物の分離は、移送路10から反応物を分離器11に導入して重力分離により行う。反応物を接液方向に導入するときは全体がサイクロンとして機能し、重力分離に加えて遠心分離による分離も行われる。移送路10の先端部にサイクロン24を設ける場合も同様である。重力により沈降した不溶化物はクランプ25を外してシャッタ23を開くことにより不溶化物排出路15から取り出される。

【0041】

【実施例】以下、本発明の実施例および比較例について説明する。各例中、%は重量%である。

【0042】実施例1

被反応物としてCH₃COONH₄ 5000 ppm水溶液を酸化剤としての等量の30% H₂O₂水溶液と混合して水熱反応器に導入し、600°C、25 MPaで60分

(6)

特開2001-198449

9

間水熱反応を行った。反応物を触媒反応器に導入し、400°C, 2.5 MPaの条件下で触媒層R h/ZnOに通過させ、反応物中のアンモニアの酸化分解を行った。20分後、触媒反応器の出口液を評価した結果、NH₃の残存濃度は50 ppmであった。

【0043】実施例2

実施例1において被反応物として、実施例1で用いた被反応物にNaClを5000 ppm添加した水溶液を用い、更に、水熱反応器と、触媒反応器の間にハステロイ焼結金属フィルタを有する分離器を設置した以外は実施例1と同様に行った。NH₃の残存濃度は70 ppmであった。

【0044】比較例1

実施例1において、反応物を触媒反応器で触媒層に通過させなかった以外は、実施例1と同様に行った。NH₃の残存濃度は900 ppmであった。

【0045】比較例2

被反応物として、実施例1で用いた被反応物にNaCl 5000 ppm添加した水溶液を用いた以外は実施例1と同様に行った。NH₃の残存濃度は600 ppmであった。

【0046】実施例3

実施例2において、NaClの代わりにHClを1000 ppm添加した水溶液を被反応物とし、反応物に5000 ppm水酸化ナトリウム水溶液を反応当量注入して中和して不溶化したのち分離器で分離する以外は、実施例2と同様に行った。NH₃の残存濃度は70 ppmであった。

【0047】比較例3

比較例2において、NaClの代わりにHClを1000 ppm添加した水溶液を被反応物とし、反応物に5000 ppm水酸化ナトリウム水溶液を反応当量注入して中和して不溶化したのち分離器で分離する以外は、比較例2と同様に行った。NH₃の残存濃度は600 ppmであった。

【0048】実施例4

CH₃COONH₄, 5000 ppmと、等量の30% H₂O₂水溶液を含む被反応物を空気と混合して650°C, 2.5 MPaで2分間水熱反応を行ったところ、得られた反応物のガス中から2000~2500 ppmのN₂Oが検出された。この反応物を触媒反応器に導入し、400°C, 2.5 MPaの条件下で触媒層R h/ZnOに通過させ、反応物中のN₂Oの酸化分解を行った。20分後、触媒反応器から排出されたガス分を評価した結果、N₂O残存濃度は50 ppmであった。

【0049】実施例5

実施例4において被反応物として、実施例4で用いた被反応物にNaClを5000 ppm添加した水溶液を用い、更に、水熱反応器と、触媒反応器の間にハステロイ焼結金属製フィルタを有する分離器を設置した以外は実

10

施例1と同様に行った。N₂Oの残存濃度は70 ppmであった。

【0050】比較例4

実施例4において、反応物を触媒反応器で触媒層に通過させなかった以外は、実施例4と同様に行った。N₂Oの残存濃度は2000~2500 ppmであった。

【0051】比較例5

被反応物として、実施例4で用いた被反応物にNaCl 5000 ppm添加した水溶液を用いた以外は実施例4と同様に行った。N₂Oの残存濃度は1000 ppmであった。

【0052】実施例6

実施例5において、NaClの代わりにHClを1000 ppm添加した水溶液を被反応物とし、反応物に5000 ppm水酸化ナトリウム水溶液を反応当量注入して中和して不溶化したのち分離器で分離する以外は、実施例5と同様に行った。N₂Oの残存濃度は70 ppmであった。

【0053】比較例6

比較例5において、NaClの代わりにHClを1000 ppm添加した水溶液を被反応物とし、反応物に5000 ppm水酸化ナトリウム水溶液を反応当量注入して中和して不溶化したのち分離器で分離する以外は、比較例5と同様に行った。N₂Oの残存濃度は800 ppmであった。

【0054】以上の結果より、触媒反応によりアンモニアおよびN₂Oの分解が促進されること、塩類、酸のような阻害物質が存在すると触媒の分解能が低下すること、ならびに阻害物質を不溶化して不溶化物を分離することにより、アンモニアおよびN₂Oの分解率が阻害物質が存在しない場合と同程度まで回復することがわかる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施形態の水熱反応装置のフロー図である。

【図2】他の実施形態の分離器の断面図である。

【図3】別の実施形態の分離器の断面図である。

【符号の説明】

- 1 水熱反応器
- 2 被反応物槽
- 3 被反応物供給路
- 4 酸化剤供給源
- 5 酸化剤供給路
- 6 反応物取出路
- 7 不溶化装置
- 8 不溶化剤槽
- 9 不溶化剤供給路
- 10, 13 移送路
- 11 分離器
- 12, 12a, 12b フィルタ
- 14 触媒反応器

(7)

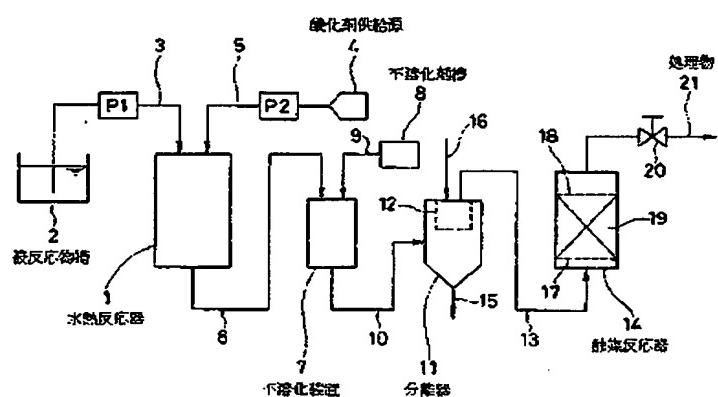
特開2001-198449

11

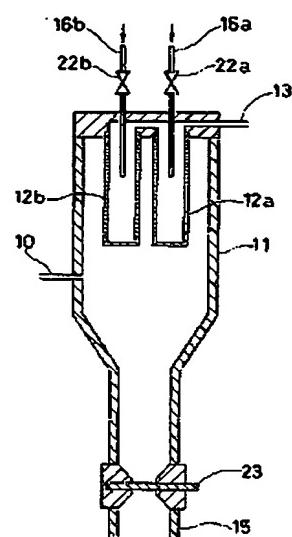
12

- 15 不溶化物排出路
 16, 16a, 16b 洗浄流体供給路
 17, 18 支持床
 19 脱媒層
 20 調圧弁
- * 21 処理物取出路
 22a, 22b 扉
 23 シャッタ
 24 サイクロン
 * 25 クランプ

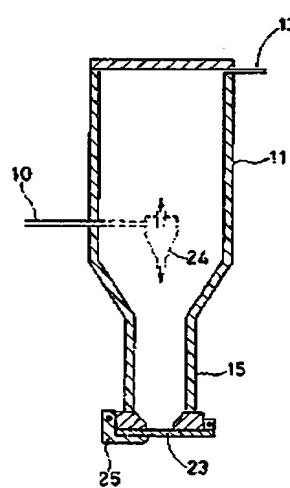
【図1】



【図2】



【図3】



(8)

特開2001-198449

フロントページの続き

(71)出願人 598124412
 ジュネラル アトミックス インコーポレ
 イテッド
 アメリカ合衆国 カリフォルニア州 サン
 ディエゴ ジュネラル アトミックス コ
 ート 3550
 (72)発明者 ダビッド エー ハズルベック
 アメリカ合衆国 92020 カリフォルニア
 州 エルカジョン リブ オーク ドライ
 ブ 486
 (72)発明者 ダビッド タブリュー オードウェイ
 アメリカ合衆国 92020 カリフォルニア
 州 パウウェイ フランシン テラス
 12883

(72)発明者 鹿 康彦
 神奈川県平塚市万田1200 株式会社小松製
 作所研究所内
 (72)発明者 堀 譲三
 神奈川県平塚市万田1200 株式会社小松製
 作所研究所内
 (72)発明者 中山 哲
 東京都新宿区西新宿三丁目4番7号 粟田
 工業株式会社内
 F ターム(参考) 4D050 AA13 AB17 AB34 AB35 BB01
 BB09 BC01 BC02 BC04 BC06
 CA15 CA16
 4D059 AA05 BC01 BC02 BC05 BC10
 DA44 DA47
 4G059 AA03 BA04B BB04B BC35B
 BC71B CA04 CA10 CA11
 DA06

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.